



## تأثیر دما و جو واکنش هم‌رسوبی بر ویژگی‌های مغناطیسی و رنگی نانوذرات اکسید آهن

مژده محمدعلیزاده هنجانی<sup>۱</sup>، ابراهیم قاسمی<sup>۲\*</sup>، مهدی صفی<sup>۳</sup>

- ۱- دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، دانشکده مهندسی مواد، نجف آباد، اصفهان، ایران، صندوق پستی: ۱۱۱-۱۵۶۵۵  
۲- استادیار، گروه پژوهشی رنگدانه‌های معدنی و لعاب، موسسه پژوهشی علوم و فناوری رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۶۵۴-۱۶۷۶۵  
۳- استادیار، گروه پژوهشی فیزیک رنگ، موسسه پژوهشی علوم و فناوری رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۶۵۴-۱۶۷۶۵  
تاریخ دریافت: ۹۰/۱۲/۴ تاریخ پذیرش: ۹۱/۳/۹ در دسترس به صورت الکترونیکی از: ۱۳۹۱/۱۲/۲۰

### چکیده

در این تحقیق، تأثیر دما و جو سنتز بر خواص مغناطیسی و رنگی نانو ذرات مگنتیت ( $Fe_3O_4$ ) بررسی شده است و ارتباط بین ویژگی‌های مغناطیسی و ویژگی‌های رنگی نانوذرات رنگدانه‌های مغناطیسی اکسید آهن مورد سنجش قرار گرفته است. برای این کار، نانو ذرات اکسید آهن با استفاده از روش هم‌رسوبی شیمیایی سنتز شد. کلریدهای آهن دو و سه ظرفیتی با تنظیم pH توسط آمونیاک رسوب داده شد. برای بررسی اثر دما، سنتز در محدوده دمایی ۲۵ تا ۸۰ درجه سانتی‌گراد در دو جو هوا و نیتروژن انجام شد. برای بررسی خواص مغناطیسی از روش VSM استفاده شد و اندازه بلورک‌ها با استفاده از روش اصلاح شده شرر، محاسبه گردید. خواص رنگی نمونه‌ها با استفاده از روش CIE Lab تعیین شد. نتایج نشان داد که تغییرات دما در جو هوا تأثیر قابل توجهی بر خواص مغناطیسی دارد و با افزایش دما، اشباع مغناطیسی افزایش می‌یابد در حالی که در جو نیتروژن تغییرات دمایی چندان مؤثر نیست. اشباع مغناطیسی در جو هوا بسته به دمای سنتز، بین ۳۱ تا ۶۶ emu/g و در جو نیتروژن بین ۶۹ تا ۷۲ emu/g متغیر بود. مشخص شد که جایگزینی جو نیتروژن با هوا منجر به افزایش تهرنگ نمونه‌ها از فام مشکی به فام قرمز می‌گردد. اما روشنایی آنها چندان تغییر نمی‌کند.

واژه‌های کلیدی: اکسید آهن، مگنتیت، نانو ذرات، پارامترهای رنگی، ویژگی‌های مغناطیسی.

## Effect of Temperature and Atmosphere of Co-precipitation Reaction on The Magnetic and Colorimetric Properties of Iron Oxide Nanoparticles

M. M. A. Hanjani<sup>1</sup>, E. Ghasemi<sup>2\*</sup>, M. Safi<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Department of Material Engineering, Najf abad Azad University, P.O. Box: 15655-111, Esfahan, Iran

<sup>2</sup> Department of Inorganic Pigments and Glaze, Institute for Color Science and Technology, P.O. Box: 16765-654, Tehran, Iran

<sup>3</sup> Department of Color Physics, Institute for Color Science and Technology, P.O. Box: 16765-654, Tehran, Iran

Received: 23-02-2012

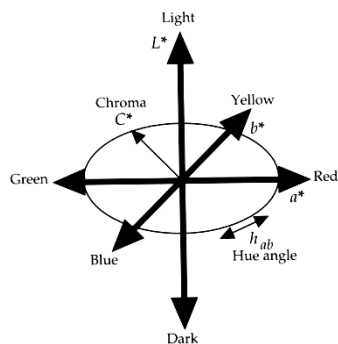
Accepted: 29-05-2012

Available online: 08-02-2013

### Abstract

At the present work, the effect of synthesis temperature and atmosphere on the magnetic and color properties of the magnetite ( $Fe_3O_4$ ) magnetic nanoparticles was studied and magnetic and colorimetric properties of them were correlated. The precipitation occurred by pH adjustment of ferrous/ferric mixed salt-solution with ammonium hydroxide addition. The synthesis was performed in the temperature range of 25 °C to 80 °C in ambient and nitrogen protected atmospheres. The magnetite nanoparticles were characterized by vibrating sample magnetometer (VSM) analysis. Crystallite size was calculated via reclaimed Sherrers formula. The magnetic properties revealed that temperature variations shows appreciable effect on magnetic properties when the synthesis is performed in ambient atmosphere but is not effective when it is performed in inert atmosphere. The colorimetric parameters were calculated in two color spaces CIEL\*a\*b\* and CIEL\*C\*h\*. The results showed that the color of nanopigments tend to red shade when synthesis was performed in ambient atmosphere and to black shade when synthesis was done in nitrogen atmosphere. J. Color Sci. Tech. 6(2013), 347-353 © Institute for Color Science and Technology.

**Keywords:** Iron oxide, Magnetite, Nanoparticles, Colorimetric parameters, Magnetic properties.



شکل ۱: تعریف مولفه‌های سه‌گانه در فضا رنگ‌های  $CIE L^*a^*b^*$  و  $CIE L^*c^*h^*$  [۱۴].

در این پژوهش، تأثیر دما و جو سنتز در روش هم‌رسوبی بر ویژگی‌های مغناطیسی و رنگی نانو ذرات مورد بررسی قرار گرفته است. در کارهای قبلی بیشتر بر روی ریخت‌شناسی، خواص مغناطیسی و فازی تحقیق شده است. در هیچیک از کارهای گزارش شده تأثیر دما و جو واکنش هم‌رسوبی بر خواص رنگی و مغناطیسی پرداخته نشده است.

## ۲- بخش تجربی

### ۲-۱- مواد

کلریدهای آبدار آهن دو ( $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ ) و سه ظرفیتی ( $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ )، هیدروکسید آمونیوم ( $NH_4OH$ )، ستیل تری متیل آمونیوم بروماید (CTAB) و استن متعلق به شرکت مرک بود. کلیه مواد استفاده شده دارای خلوص بالاتر از ۹۹٫۹٪ بودند.

### ۲-۲- روش کار

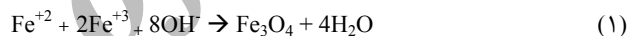
به منظور تهیه نانو ذرات مغناطیسی، ابتدا با حل کردن هر یک از نمک‌های آهن دو و سه ظرفیتی در آب، محلول‌های ۰٫۵ مولار از هر یک تهیه شد. این محلول‌ها با نسبت حجمی ۲:۱ از آهن (II) و آهن (III) به هم افزوده و با استفاده از هم‌زن مکانیکی هم‌زده شد. سپس با تنظیم دما برای هر آزمون (۸۰-۲۵ درجه سانتی‌گراد)، با استفاده از محلول ۲۵٪ بازی هیدروکسید آمونیوم و ماده فعال سطح، pH محلول به ۱۱ رسانیده شد. به محض افزودن باز، محلولی به رنگ سیاه تشکیل گردید. عمل هم‌زدن محلول جهت یکنواختی مخلوط تا حدود ۳۰ دقیقه ادامه یافت. سپس عمل هم‌زدن متوقف شد و رسوب حاصل به روش ته‌نشینی به کمک یک آهن‌برای معمولی از محلول جدا گردید. در نهایت عملیات شستشو چندین بار با استفاده از آب مقطر تکرار شد و پودر به دست آمده در خشک‌کن خلا خشک گردید. جدول ۱ شرایط محیطی سنتز نمونه‌های اکسید آهن را نشان می‌دهد.

برای بررسی نوع فازهای تشکیل شده از آزمون پراش پرتو ایکس

## ۱- مقدمه

رنگدانه‌های اکسید آهن به دلیل داشتن خواص متنوعی مانند غیرسمی بودن، پایداری شیمیایی، تنوع رنگی (زرد، نارنجی، قرمز، قهوه‌ای تا سیاه)، خواص مغناطیسی و قیمت به نسبت پایین، مورد توجه قرار دارند. در این بین، ترکیباتی مانند مگنتیت<sup>۱</sup> ( $Fe_3O_4$ ) و مگهمیت<sup>۲</sup> ( $\gamma-Fe_2O_3$ ) به دلیل داشتن خواص فری مغناطیسی از جمله موادی هستند که حجم زیادی از مطالعات و بررسی‌ها بر روی آنها معطوف شده است. این مواد از دسته فریت‌های مغناطیسی هستند که دارای ساختار اسپینل می‌باشند [۱]. خواص فیزیکی و ساختاری مگنتیت و مگهمیت تا حد زیادی مشابه یکدیگر می‌باشد با این تفاوت که مگنتیت از نظر خواص مغناطیسی تا حدودی قوی‌تر است. هر دوی این مواد در مقیاس نانو دارای خاصیت ابرپارا مغناطیسی هستند. این خاصیت کاربردهای متنوعی را برای آنها به وجود آورده است. که از جمله می‌توان به مواردی مانند تصویربرداری MRI [۲]، انتقال دارو [۳]، معالجه غده‌های سرطانی [۴]، حسگرهای زیستی [۵]، کاربردهای نوری [۶]، الکترونیکی [۷]، شیمیایی [۸] اشاره کرد.

رایج‌ترین راه سنتز این ذرات، روش هم‌رسوبی<sup>۳</sup> یون‌های نمک آهن هیدراته دو و سه ظرفیتی در حضور یک باز قوی می‌باشد [۹، ۱۰]. واکنش شیمیایی تشکیل آن به صورت زیر است [۱۱، ۱۲].

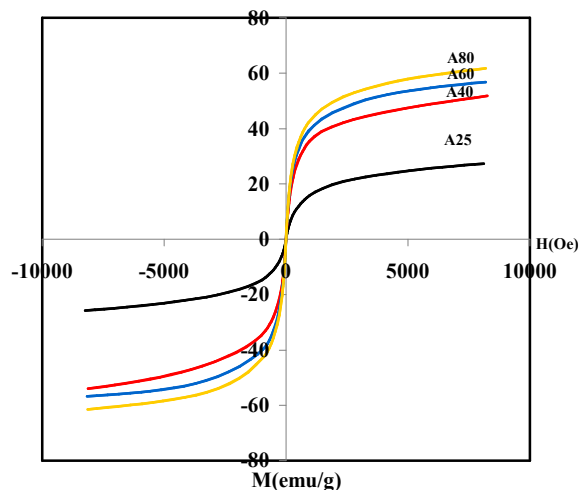


طبق این واکنش، برای تولید مگنتیت، نسبت مولی اولیه ۲:۱ از  $Fe^{2+}:Fe^{3+}$  نیاز است. اما وقتی آماده‌سازی در هوا انجام می‌شود،  $Fe^{2+}$  به  $Fe^{3+}$  اکسید می‌شود. برای جلوگیری از این، معمولاً از جو خنثی برای سنتز استفاده می‌شود [۱۳]. گفته می‌شود که ماده فعال سطح نیز با پوشاندن سطح، تأثیر مثبتی در این رابطه دارد.

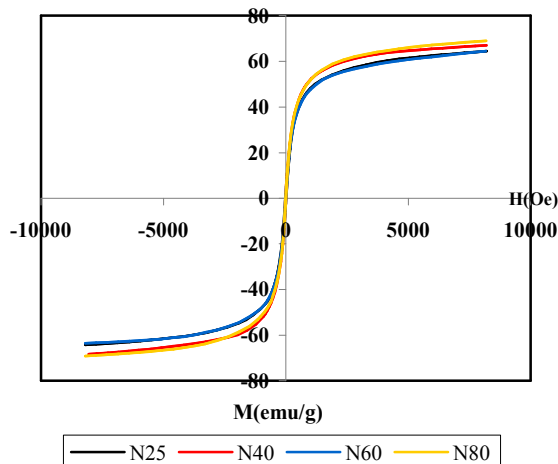
کنترل اندازه دقیق، شکل و سطح ذرات به طور کلی بحثی چالش‌برانگیز است. جهت کنترل اندازه و ماهیت ساختاری ذرات از نظر بلوری شدن و نوع فاز، عوامل محیطی مانند جو، شرایط آماده‌سازی، دمای واکنش، سرعت مخلوط‌کردن، شدت یونی محیط، و همچنین نوع نمک‌های مورد استفاده (کلریدها، نیترات‌ها و سولفات‌ها) نیز می‌تواند مؤثر باشد.

علاوه بر ویژگی مغناطیسی، ظاهر رنگی ترکیبات فوق نیز می‌تواند با محاسبه مقادیر مؤلفه‌های سه‌گانه<sup>۴</sup> معمولاً در دو فضا رنگ  $CIE L^*a^*b^*$  و  $CIE L^*c^*h^*$  تعیین گردد [۱۴]. در فضا رنگ‌های فوق،  $L^*$  روشنایی،  $a^*$  قرمزی-سبزی،  $b^*$  آبی-زردی،  $h^*$  زاویه فام<sup>۵</sup> و  $c^*$  خلوص را نشان می‌دهند (شکل ۱).

- 1- Magnetite
- 2- Maghemite
- 3- Coprecipitation
- 4- Tristimulus values
- 5- Hue angle



شکل ۲: منحنی هیستریز مغناطیسی در جو هوا.



شکل ۳: منحنی هیستریز مغناطیسی در جو نیتروژن.

نمودارهای رنگی در نشانی [www.jstc.iirc.ac.ir](http://www.jstc.iirc.ac.ir) قابل دسترس است.

برای مشخص شدن این تأثیر بر سایر خواص مغناطیسی، ویژگی‌های مختلف از جمله اشباع مغناطیسی<sup>۱</sup>، میدان زدآینده<sup>۲</sup> و پذیرفتاری مغناطیسی<sup>۳</sup> از روی داده‌های مربوط به منحنی‌های هیستریز محاسبه شد [۱۵]. نتایج این محاسبات در جدول‌های ۲ و ۳ دیده می‌شود. بر اساس این نتایج، اشباع مغناطیسی در جو هوا بسته به دمای سنتز، بین ۳۱ تا ۶۶ emu/g و در جو نیتروژن بین ۶۹ تا ۷۲ emu/g تغییر می‌کند (شکل ۴). این موضوع نشان می‌دهد که دما در جو هوا تأثیر قابل توجهی بر تغییرات اشباع مغناطیسی دارد درحالی‌که این تأثیر در جو خنثی تقریباً ناچیز است. اساس این تأثیر به این نکته بر می‌گردد که پیشگیری از اکسیداسیون  $Fe_3O_4$  توسط جو خنثی موجب می‌شود که واکنش به نفع تشکیل  $Fe_3O_4$  پیش برود.

- 1- Saturation magnetization
- 2- Coercivity
- 3- Magnetic susceptibility

(دستگاه مدل فیلیپس PW3710) با لامپ Cu-K $\alpha$  استفاده شد. اندازه‌گیری خواص مغناطیسی پودر با استفاده از روش VSM مدل Lake-Shore 7400 صورت گرفت.

برای اندازه‌گیری انعکاس طیفی نمونه‌ها از دستگاه اسپکتروفوتومتر بازتابی مدل GretagMacbeth Color-Eye 7000A محصول استفاده شد. کار با اسپکتروفوتومتر بازتابی در محدوده کاری ۴۰۰-۷۵۰ نانومتر با فواصل ۱۰ نانومتری انجام گرفت. کمیت‌های رنگی در فضا رنگ  $CIE L^*a^*b^*$  و  $CIE L^*c^*h^*$  تحت منبع نوری استاندارد D65 و مشاهده کننده ۱۹۶۴ (۱۰°) محاسبه شدند.

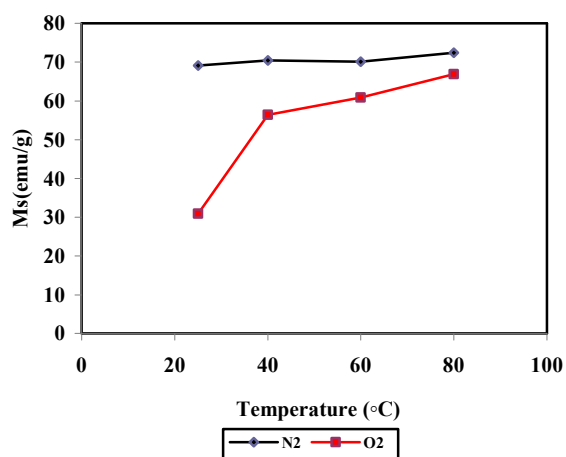
جدول ۱: شرایط سنتز نمونه‌های اکسید آهن.

ردیف	دما (°C)	جو	کد شناسایی
۱	۲۵	نیتروژن	N25
۲	۴۰	نیتروژن	N40
۳	۶۰	نیتروژن	N60
۴	۸۰	نیتروژن	N80
۵	۲۵	هوای معمولی	A25
۶	۴۰	هوای معمولی	A40
۷	۶۰	هوای معمولی	A60
۸	۸۰	هوای معمولی	A80

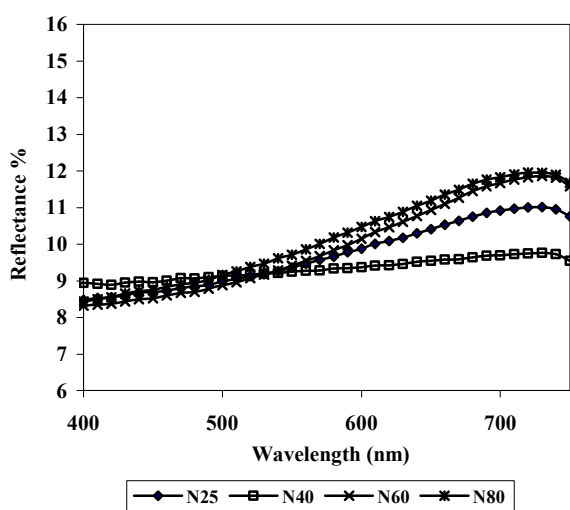
## ۲- نتایج و بحث

### ۲-۱- ویژگی مغناطیسی

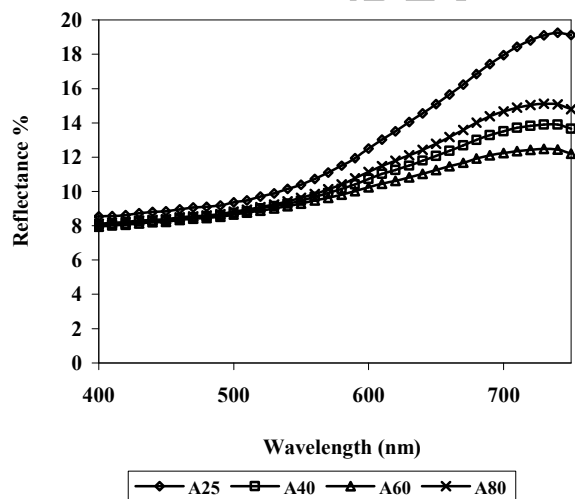
بررسی‌های فازی و ریز ساختاری در کارهای قبلی [۱۶، ۱۷]، نشان داد که ذرات به دست آمده از نوع مگنتیت با میانگین اندازه ذرات زیر ۲۰ nm هستند. از این رو در این تحقیق ابتدا به ویژگی‌های مغناطیسی پرداخته می‌شود. منحنی‌های مغناطیسی نانو پودرهای سنتز شده به ترتیب در شکل‌های ۲ و ۳ ترسیم شده است. از این شکل‌ها مشخص می‌شود که خواص مغناطیسی نانورنگدانه با جو سنتز به طور قابل توجهی تغییر می‌کند. همان‌طور که قبلاً نیز گفته شد،  $Fe_3O_4$  به جو سنتز حساس بوده و در حضور اکسیژن، اکسید می‌شود. در نتیجه این فرآیند، خاصیت مغناطیسی ذرات این ماده تضعیف می‌شود. بالاتر بودن مغناطیس‌پذیری نانورنگدانه سنتز شده در جو خنثی نسبت به جو سنتز شده در جو هوای معمولی (شکل ۴) به وضوح دیده می‌شود. نکته دیگر این است که در حضور اکسیژن، دما بطور قابل توجهی بر خاصیت مغناطیسی مؤثر است به طوری که با افزایش دما این خاصیت بهبود می‌یابد. در حالی‌که در حضور جو خنثی دمای سنتز تأثیر چندانی بر مغناطیس‌پذیری ندارد.



شکل ۴: اشباع مغناطیسی در جو نیتروژن و هوای معمولی.



شکل ۵: طیف بازتابشی نمونه‌های نانو ذرات اکسید آهن در جو نیتروژن.



شکل ۶: طیف بازتابشی نمونه‌های نانو ذرات اکسید آهن در جو اکسیژن.

همچنین نشستن ماده فعال سطحی بر روی سطح، از اکسیداسیون بعدی پیشگیری خواهد کرد. در مورد جو معمولی اما وضعیت تا حدودی متفاوت است و به دلیل وجود اکسیژن، شرایط برای تبدیل  $Fe_3O_4$  به  $Fe_2O_3$  فراهم است. افزایش دمای سنتز تا حدودی از این واکنش اکسیداسیونی جلوگیری می‌کند، که دلیل آن از طرفی کمک دما به نشستن ماده فعال سطحی بر روی سطح ذرات و پیشگیری از ادامه واکنش اکسیداسیون و از طرفی به دلیل کاهش غلظت اکسیژن محلول در اثر افزایش دما است. با این حال می‌توان گفت که حتی در بالاترین دمای سنتز هم، اشباع مغناطیسی به دست آمده از هوای معمولی نسبت به محیط جو خنثی کمتر است. این موضوع نشان‌دهنده تأثیر وجود اکسیژن بر اکسید شدن  $Fe_3O_4$  است.

### ۲-۲ ویژگی‌های طیفی و رنگی

رفتار انعکاس طیفی نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن و جو اکسیژن در دماهای متفاوت به ترتیب در شکل ۵ و ۶ نشان داده شده است.

جدول ۲: مشخصات مغناطیسی پودرهای سنتز شده در جو نیتروژن.

پدیرفتاری مغناطیسی	پسماند مغناطیسی	میدان Hc زداینده (Oe)	اشباع مغناطیسی (emu/g) Ms	نمونه
$\chi_i$	(emu) Mr			
۹,۱	۲,۲	۱۶	۶۹,۱	N25
۱۰,۶	۲,۵	۱۵	۷۰,۴	N40
۹,۵	۲,۲	۱۶	۷۰,۱	N60
۱۱	۲,۶	۱۶	۷۲,۴	N80

جدول ۳: مشخصات مغناطیسی پودرهای سنتز شده در جو هوا.

پدیرفتاری مغناطیسی	پسماند مغناطیسی	میدان Hc زداینده (Oe)	اشباع مغناطیسی (emu/g) Ms	نمونه
$\chi_i$	(emu) Mr			
۳,۱	۰,۵	۱	۳۰,۹	A25
۸,۵	۰,۲	۱,۷	۵۶,۴	A40
۱۰,۶	۰,۵	۲,۸	۶۰,۸	A60
۱۰,۷	۰,۶	۳	۶۶,۸	A80

مقادیر پارامترهای رنگی نمونه‌های سنتز شده در شرایط مختلف در جدول‌های ۴ و ۵ لیست شده است. با توجه به نتایج این جدول‌ها، مشاهده می‌گردد که نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن از مقادیر روشنایی و مقادیر رنگی نسبتاً کوچکتری در مقایسه با نمونه‌های جو اکسیژن برخوردارند.

جدول ۴: مقادیر روشنایی، پارامترهای رنگی و خلوص نانو ذرات مغناطیسی اکسید آهن سنتز شده در شرایط دمایی مختلف در جو نیتروژن.

نمونه	دما / °C			
	۸۰	۶۰	۴۰	۲۵
L*	۳۷,۶۰	۳۷,۰۴	۳۶,۴۹	۳۶,۸۶
a*	۱,۶۰	۱,۷۵	۰,۲۳	۱,۱۷
b*	۳,۴۲	۳,۲۳	۰,۸۶	۲,۴۱
C*	۳,۷۸	۳,۶۷	۰,۸۹	۲,۶۸

جدول ۵: مقادیر روشنایی، پارامترهای رنگی و خلوص نانو ذرات مغناطیسی اکسید آهن سنتز شده در شرایط دمایی مختلف در جو اکسیژن.

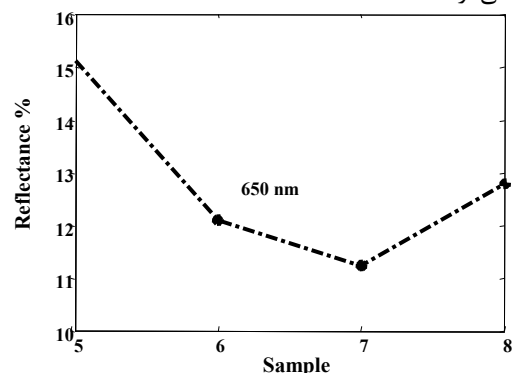
نمونه	دما / °C			
	۸۰	۶۰	۴۰	۲۵
L*	۳۷,۸۱	۳۶,۹۰	۳۷,۴۰	۳۹,۴۷
a*	۳,۸۱	۲,۲۷	۳,۱۰	۵,۲۴
b*	۵,۰۲	۳,۹۷	۴,۵۲	۶,۲۷
C*	۶,۳۰	۴,۵۷	۵,۴۸	۸,۱۷

L\* نشان دهنده روشنایی نمونه‌هاست، با توجه به تغییرات L\* که بین ۰ تا ۱۰۰ می‌باشد، مقادیر به دست آمده برای نمونه‌های این تحقیق نشان می‌دهد که روشنایی آنها بین خاکستری خیلی تیره تا مشکی تغییر می‌کند.

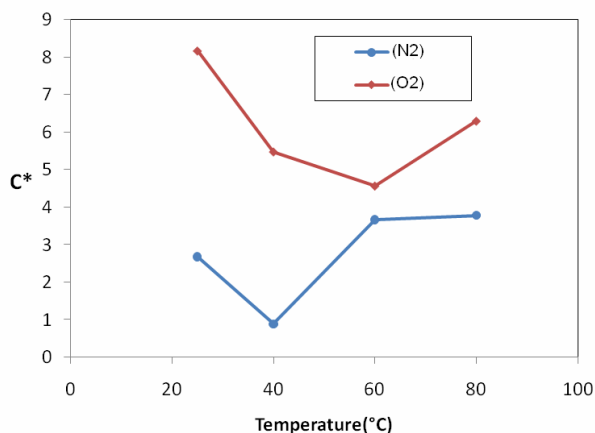
تغییرات دما اثر محسوسی بر روی روشنایی نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن ندارد، اما در نمونه‌های سنتز شده در جو هوای معمولی تغییرات جزئی مشاهده می‌گردد. نتایج نشان می‌دهد که وقتی دما را افزایش می‌دهیم، شرایط (نتایج) جو هوای معمولی به جو نیتروژن نزدیک می‌شود. این نتیجه نیز به نوعی دیگر موید نتایج تأثیر دمای سنتز بر تشکیل فاز مگنتیت است که قبل از این توضیح داده شد. در نهایت پارامتر C\* که نشان دهنده خلوص نمونه‌ها یا به عبارتی دوری یا نزدیکی از محور آکروماتیک است، نشان می‌دهد که نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن آکروماتیستی بیشتری دارند یا به عبارتی بی‌رنگ‌تر هستند.

بررسی تغییرات پارامترهای رنگی a\* و b\* نشان می‌دهد نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن (شکل ۸) نسبت به نمونه‌های جو هوای معمولی (شکل ۹) پارامترهای رنگی پایین‌تری دارند. شکل ۸ نشان

شکل‌های ۵ و ۶ نشان می‌دهند که شرایط استفاده از جو نیتروژن و هوای معمولی به تولید نمونه‌هایی با انعکاس خیلی پایین با روند تغییرات کم، مشابه یک فام مشکی منجر شده است. نمونه‌های به دست آمده در محیط نیتروژن (در حدود ۲ درصد) نسبت به محیط هوای معمولی از انعکاسی کمتری برخوردار هستند. همچنین منحنی تقریباً تخت این نمونه‌ها، نشان‌دهنده یک فام خنثی (آکروماتیک) با فامی نزدیک به مشکی می‌باشد. با توجه به بازتابش محدود نمونه‌های سنتز شده در شرایط جو هوای معمولی به نظر می‌رسد نمونه‌های فوق از یک تهرنگ نزدیک به قرمز بهره می‌برند، به عبارتی نمونه‌های سنتز شده در جو هوای معمولی مشابه یک سیاه تهرمز (بور) رفتار می‌کنند. تغییر دما در شرایط جو نیتروژن تغییرات محسوسی را باعث نشده است، برخلاف شرایط نیتروژن، با افزایش دما از ۲۵ تا ۶۰ درجه سانتی‌گراد، در محیط هوای معمولی تغییرات نسبتاً محسوسی در کاهش انعکاس نمونه‌ها به خصوص در طول موج‌های بالای ۶۰۰ نانومتر دیده می‌شود. به نظر می‌رسد جهت این تغییرات به سمت یک فام خنثی و بدون تهرنگ پیش می‌رود. علاوه بر آن مشاهده می‌گردد که با افزایش دما، رفتار طیفی نمونه‌های به دست آمده در جو اکسیژن به نمونه‌های به دست آمده در جو نیتروژن نزدیک می‌شود. با افزایش دما در ۶۰ درجه سانتی‌گراد، انعکاس کاهش می‌یابد و نمونه‌ها تیره‌تر می‌شوند، در صورتی که دستیابی به رنگدانه‌هایی با فام مشکی بالاتری مورد نظر باشد، نمونه سنتز شده در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد در جو اکسیژن را می‌توان به عنوان نمونه مناسب در شرایط جو هوای معمولی بیان کرد. شکل ۷ تغییرات بازتابش نمونه‌ها در شرایط اکسیژن در طول موج انتخابی ۶۵۰ نانومتر نشان می‌دهد. در طول موج‌های کوچک‌تر از این مقدار، تغییرات محسوس نیست. به عنوان یک نتیجه از نتایج شکل ۷ می‌توان بیان نمود که تغییر شرایط سنتز (نوع جو و دما استفاده شده) بر تهرنگ و یا فام نمونه‌ها تأثیرگذار بوده و این خود در رفتار طیفی نمونه‌ها در طول موج‌های بالای ۶۵۰ نانومتر منجر به بروز یک فام خنثی متمایل به قرمز (به صورت فام تهرمز) می‌گردد.



شکل ۷: تغییرات بازتابشی نمونه‌های سنتز شده در جو اکسیژن در طول موج ۶۵۰ نانومتر.



شکل ۱۰: تغییرات خلوص نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن و اکسیژن.

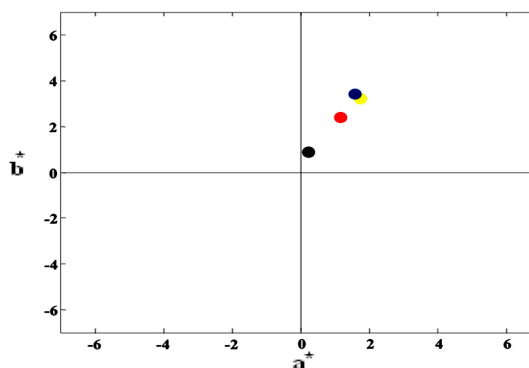
به طور متوسط میزان این تغییرات با جایگزینی جو اکسیژن به جای نیتروژن برای محتوای قرمزی - سبزی ( $a^*$ ) برابر ۲,۴، محتوای زردی - آبی ( $b^*$ ) برابر ۲,۴، روشنای ( $L^*$ ) برابر ۰,۸۹ و خلوص ( $C^*$ ) نیز برابر ۳,۳ می‌باشد. تاثیر دما نیز بر تغییرات فوق افزایشی بوده و از دمای ۶۰ درجه به بعد اثر آن کاهش می‌یابد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

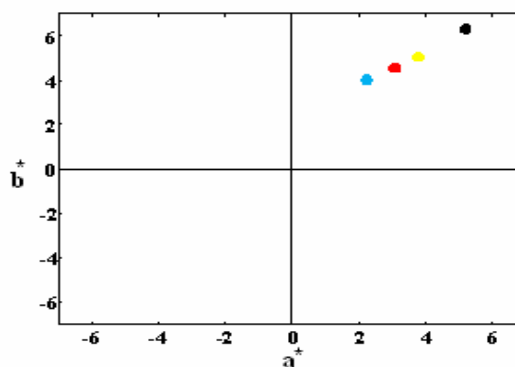
بررسی خواص مغناطیسی نشان داد که با افزایش دمای سنتز، اشباع مغناطیسی در نمونه‌های سنتز شده در هوای معمولی نسبت به نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن افزایش بیشتری نشان می‌دهد؛ با این حال اشباع مغناطیسی در نمونه‌های مربوط به هوای معمولی در تمام دماها کمتر از نمونه‌های جو خنثی است. نتایج نشان داد که جایگزینی جو نیتروژن با اکسیژن منجر به افزایش تهرنگ نمونه‌ها با تمایل به فام قرمز می‌گردد اما روشنایی آنها چندان تغییر نمی‌کند. نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن، عمدتاً مشکی رنگ بودند. همچنین مشخص شد که تاثیر دمای سنتز نیز بر رنگ مؤثر است ولی این تغییرات خطی نیست. نتایج خواص رنگی نشان داد که بین اکسید شدن مگنتیت به مگهمیت که در حضور اکسیژن اتفاق می‌افتد و تغییر رنگ آن از مشکی به قهوه‌ای یا سفید مایل به قرمز رابطه منطقی وجود دارد. بنابر این خواص رنگی را می‌توان به عنوان عاملی نسبی برای سنجش اکسید شدن مگنتیت مورد استفاده قرار داد. رنگ محصول جو اکسیدی قابل کنترل بوده و می‌تواند به عنوان رنگدانه مورد استفاده قرار گیرد و نمونه سنتز شده در جو نیتروژن خواص مغناطیسی خوبی دارد و از نظر مصرف انرژی نیازی به دمای بالا در سنتز ندارد.

می‌دهد که با توجه به محل قرارگیری نمونه‌ها، نمونه‌های سنتز شده در جو نیتروژن نسبت به نمونه‌های سنتز شده در جو اکسیژنی (شکل ۹) به محور آکروماتیک نزدیک‌تر بوده، لذا خلوص کمتری دارند. مقایسه نتایج شکل‌های ۵ و ۶ موید موضوع فوق می‌باشند. علاوه بر آن، تغییرات خلوص ( $C^*$ ) در شکل ۱۰ نشان می‌دهد شرایط نمونه ۴۰ و ۶۰ درجه سانتی‌گراد به ترتیب در شرایط جو نیتروژن و اکسیژن می‌توانند دستیابی به نمونه‌های با فام خنثی (ترجیحاً مشکی) و با تهرنگ کمتر را فراهم آورند.

در یک جمع‌بندی ساده از بررسی ویژگی‌های طیفی و رنگی نمونه‌های سنتز شده می‌توان این‌گونه ذکر کرد که استفاده از شرایط جو هوای معمولی در سنتز نانو ذرات مغناطیسی اکسید آهن به همراه افزایش دما تا ۶۰ درجه سانتی‌گراد، منجر به حصول نمونه‌هایی تیره‌تر می‌شود.



شکل ۸: تغییرات پارامترهای رنگی نمونه‌ها در جو نیتروژن.



شکل ۹: تغییرات پارامترهای رنگی نمونه‌ها در جو هوا.

## ۵- مراجع

1. R. M. Cornell, U. Schwertmann. The Iron Oxides, Wiley-VCH, 2003.
2. R. Y. Hong, B. Feng, L. L. Chen, G. H. Liu, H. Z. Li, Y. Zheng, D. G. Wei, Synthesis, characterization and MRI application of dextran-coated  $Fe_3O_4$  magnetic nanoparticles. *Biochem. Eng. J.* 42(2008) 290-300.
3. B. Chertoka, B. A. Moffatab, A. E. David, Iron oxide nanoparticles as a drug delivery vehicle for MRI monitored magnetic targeting of brain tumors. *Biomater.* 29(2008) 487-496.
4. A. P. Astalan, F. Ahrentorp, C. Johansson, K. Larsson, A. krozer, Biomolecular reactions studied using changes in Brownian rotation dynamics of magnetic particles. *Biosens. Bioelectron.* 19 (2004) 945-951.
5. J. Philip, T. Jayakumar, P. K. Sundarman, B. Raj, A tunable optical filter. *Meas. Sci. Technol* 41(2003)289.
6. S. Ban, V. Korenivski, Pattern storage and recognition using ferrofluids. *J. Appl. Phys.* 99 (2006) 08R907.
7. R. L. Vander wal, T. M. Ticich, Comparative flame and furnace synthesis of single-walled carbon nanotubes. *Chem. Phys. Lett.* 336 (2001) 24.
8. S. Odenbach, Ferrofluids, In the book of: Handbook of Magnetic materials, edited by K. H. J. Buschow, Vol. 16. Hardbound, 2006.
9. T. Sato, T. Iijima, M. Sekin, N. Inagaki, Magnetic properties of ultrafine ferrite particles. *J. Magn. Magn. Mater.* 183(1998) 173-180.
10. E. Blum, A. Cebers, M. M. Maiorov, Magnetic Fluids, Walter de Gruyter, Berlin, 1997.
11. R. M. Cornell, U. Schertmann, Iron oxides in the Laboratory: Preparation and Characterization, VCH Publishers, Weinheim, 1991.
12. F. A. Cotton, G. Wilkinson, Advanced in Inorganic Chemistry, Wiley Interscience, New York, 1988.
13. D. Maity, D. C. Agrawal, Synthesis of iron oxide nanoparticles under oxidizing environment and their stabilization in aqueous and non-aqueous media. *J. Magn. Magn. Mater.* 308( 2007) 46-55.
14. M. Safi, N. Khalili, M. Arabi, Effect of various opacifiers on color parameters and gloss of glazed tiles. *J. Color Sci. Technol.* 5 (2012) 261-253.
15. D. Bika, L. Vekas, M. J. Rasa, Preparation and magnetic properties of concentrated magnetic fluids on alcohol and water carrier liquids. *J. Magn. Magn. Mater.* 252 (2002) 10-12.
16. M. Alizadeh Hanjani, E. Ghasemi, Effects of synthesis temperature and atmosphere on characterizations of  $Fe_3O_4$  nanoparticles, in Proceedings of the 6<sup>th</sup> international conference on surfaces, coatings and nanostructured materials, 17-20 October 2011, Krakow, Poland.
17. E. Ghasemi, A. Mirhabibi, M. Edrissi, Synthesis and rheological properties of an iron oxide ferrofluid. *J. Magn. Magn. Mater.* 320 (2008) 2635- 2639.